

**РАЗРАБОТКА МЕТОДИЧЕСКИХ ПОДХОДОВ
К ОПРЕДЕЛЕНИЮ ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ ЭКСТРАГЕНТОВ
В УГЛЕВОДОРОДНЫХ РАСТВОРИТЕЛЯХ**

Павлова Я.Е., Данилов Д.А.

Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Экстракционные реагенты, представляющие собой раствор трибутилфосфата (ТБФ) и ди-2-этилгексилфосфорной кислоты (Д2ЭГФК) в углеводородных растворителях, нашли применение при рафинировании редких элементов. Применение значительных объемов таких реагентов вызывает необходимость в аналитическом контроле содержания ТБФ и Д2ЭГФК в целях проверки пригодности экстракционных реагентов к повторному использованию и коррекции их состава.

Известны методики определения ТБФ в углеводородных растворителях потенциометрическими методами, однако этот метод недостаточно селективен и не позволяет определять несколько эфиров фосфорной кислоты при их совместном присутствии. Известна методика определения паров ТБФ в воздухе методом газовой хроматографии с пламенно-фотометрическим детектором. Однако вопрос о совместном определении в неводном растворе нескольких фосфорорганических экстрагентов освещен в доступной литературе недостаточно подробно.

В данной работе использовали газовый хроматограф Perkin Elmer Clarus 600 с масс-спектрометрическим детектором Clarus 600T, кварцевая капиллярная колонка Elite-5MS 30м 250мкм. Источник ионов – электронный удар (70 эВ).

Существенное неудобство анализа таких экстракционных реагентов состоит в низкой летучести эфиров фосфорной кислоты и сильном влиянии матричных эффектов на аналитический сигнал Д2ЭГФК.

Были подобраны оптимальные условия анализа, при которых определяемые компоненты разделялись. В режиме без деления потока была построена градуировочная зависимость с использованием приготовленных растворов ТБФ с известной концентрацией и найдена концентрация ТБФ в анализируемой пробе. Анализ градуировочных растворов Д2ЭГФК показал крайне низкую воспроизводимость, причина заключалась в эффекте памяти системы, что удалось решить трехкратной промывкой системы гексаном после каждого ввода пробы. Но такой подход нежелателен, так как приводит к быстрой деградации хроматографической колонки и к загрязнению системы, поэтому была проведена дериватизация обоих компонентов избытком щелочи с последующей отгонкой образовавшихся спиртов в парофазном пробоотборнике. Образовавшийся бутанол в условиях анализа обнаруживается эффективно, однако время удерживания спирта, полученного из Д2ЭГФК, совпадает с выходом компонентов углеводородного растворителя, при этом ввиду высокой схожести масс-спектров их не удастся разрешить друг от друга. Таким образом, для определения Д2ЭГФК в этой системе следует применять специальные дериватизирующие реагенты.